

鉄鋼標準試料委員会ニュース

No 26

I 試料入庫状況

110-4, 111-6 (鋳物用鉄), 168-2~175-2

(微量元素シリーズ B)* *新製品

II 技術解説

りんおよびいおう分析専用鋼標準試料の解説

1. ま え が き

鉄量分析の上で従来から問題の多かつたりんおよびいおうに関して、専用の分析標準試料が分譲されているが、その製造過程などを述べて参考にする。表1にその目標含有率を示す。これらの素材は、川崎製鉄(株)に依頼して製造している。

表 1 目 標 含 有 率

りん専用鋼		いおう専用鋼	
試料番号	P (%)	試料番号	S (%)
JSS No. 230	0.010	JSS No. 240	0.010
〃 231	0.020	〃 241	0.020
〃 232	0.035	〃 242	0.030

2. 製造方法

これらの専用鋼シリーズの素材は、一部のものは実験炉溶製材のものがあるが、主として生産現場工程品の中から目標含有率を有する炭素鋼ブルームを選定した。なおこれらのブルーム材は元の鋼塊内で偏析の少ないと考えられる位置に相当する部分を選定した。

次にブルームを所定の長さに切断し、各面の脱炭層、圧延キズなどを皮削り除去を行なったのち、表面仕上を行ない各面についてサルファプリントあるいは必要に応じてマクロテストなどを行なうと共に、図1のように9カ所について偏析試験を行なった。その分析結果の例を表2に示す。

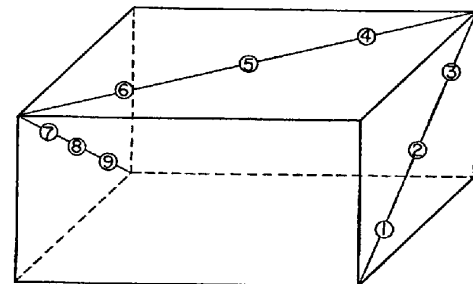


図 1 偏析試験分析箇所 ①~⑨

以上の各種の試験結果より標準試料の切削採取個所を決定して鋼中からの切削作業を進めた。切削作業には20インチシエパーを使用して、油類などの不純物が絶対に混入しないようにじゅうぶんに注意し、また切削された小片はステンレス鋼製の受器にうけた。切削方法はまず鋼片に横溝を等間隔に3カ所つけて、バイト(超硬合金 ISOK 10, 5×10×80mm) 8本を刃先高さを順次に約0.15mm ずつずらして装着し、送り幅 0.3mm, 切削速度 10 m/min にて切削を行なった。

表 2 偏 析 試 験 結 果

(%)

分析 個所	試料No 成分	JSS No. 231-1					JSS No. 240-5					
		C	Si	Mn	P	S	C	Si	Mn	P	S	Cu
①		0.22	0.077	0.68	0.021	0.025	0.20	0.22	0.57	0.014	0.009	0.01
②		0.21	0.077	0.66	0.020	0.023	0.20	0.22	0.58	0.014	0.009	0.01
③		0.22	0.077	0.67	0.021	0.024	0.20	0.21	0.58	0.014	0.009	0.01
④		0.22	0.079	0.67	0.021	0.024	0.19	0.21	0.55	0.014	0.009	0.01
⑤		0.21	0.081	0.68	0.021	0.024	0.19	0.21	0.57	0.014	0.009	0.01
⑥		0.22	0.079	0.68	0.021	0.024	0.18	0.21	0.57	0.014	0.009	0.01
⑦		0.21	0.079	0.68	0.021	0.025	0.19	0.21	0.57	0.014	0.009	0.01
⑧		0.19	0.079	0.66	0.019	0.023	0.19	0.21	0.57	0.014	0.009	0.01
⑨		0.21	0.081	0.68	0.022	0.024	0.19	0.21	0.57	0.014	0.009	0.01

次に 13Mn 鋼製乳鉢 2 連装着のスタンプミルで、多少つながっている切削小片を打碎して切りはなしてから、タイラー標準ふるいの 14~42 mesh でふるいわけし、その中間粒度の部分を標準試料用に供した。

以上のように粒度調整の終わった切削小片を偏心円錐混合機などを用いてじゅうぶんに混合したのち、標準試料専用瓶に所定の重量を瓶詰し、標準試料とした。

これらの試料の標準値決定のため、11~12 個所の分析所においてそれぞれ独立 2 回分析して、その結果を統計的に処理したのち最終的に保証された標準値が決定された。表 3 に現在までに製造された歴代の標準試料の標準値および分析精度などを示して参考供する。

表 3 歴代「P」「S」専用鋼の分析精度推移

品種	製造年月	JSS No.	標準値(%)	$\bar{x}$ (%)	σ (%)	C. V. (%)	n
りん専用鋼	1966—9	230—1	0.011	0.0107	0.0007	6.73	12
	1968—4	〃—2	0.011	0.0106	0.0007	6.63	12
	1973—10	〃—3	0.012	0.0122	0.0007	5.89	11
	1966—10	231—1	0.021	0.0206	0.0012	5.58	12
	1968—4	〃—2	0.021	0.0206	0.0008	3.88	12
	1966—10	232—1	0.037	0.0371	0.0016	4.26	12
	1968—4	〃—2	0.037	0.0373	0.0011	2.94	12
いおう専用鋼	1966—10	240—1	0.010	0.0098	0.0009	9.09	12
	1968—2	〃—2	0.009	0.0090	0.0010	11.36	12
	〃—2	〃—3	0.010	0.0098	0.0008	7.68	12
	〃—2	〃—4	0.009	0.0091	0.0006	6.23	12
	1972—7	〃—5	0.009	0.0090	0.0005	5.56	11
	1966—10	241—1	0.023	0.0226	0.0012	5.16	12
	1968—4	〃—2	0.023	0.0228	0.0009	4.12	12
	1972—7	〃—3	0.023	0.0226	0.0008	3.71	11
	1966—10	242—1	0.031	0.0308	0.0015	4.92	12
	1968—4	〃—2	0.031	0.0309	0.0017	5.57	12
	1970—9	〃—3	0.031	0.0311	0.0006	1.91	11
	1972—3	〃—4	0.031	0.0312	0.0010	3.15	11
	1973—10	〃—5	0.031	0.0314	0.0005	1.56	11

3. 各国標準試料のいおう標準値について

JISG 1215-1 1969 鉄および鋼中のいおう定量方法の燃焼中和滴定法および燃焼よう素滴定法では、標準溶液の標定を、いおう含有率既知で分析試料と同じ鋼種の標準試料を分析して、いおう相当量を求めることになっている。ところが標準試料の製造国別によつて、いおう標準値の水準に差があることが実験的に明らかになり大きな問題になっている¹⁾。

図 2 に BAS (英国鉄鋼標準試料)、JSS (日本鉄鋼標準試料) および NBS (米国鉄鋼標準試料) の炭素鋼および低合金鋼を同一条件でいおうを定量した結果を示す。実験は高周波燃焼法で理論力価を用いて定量し、得られた定量値を標準値で除して回収率を求め、それらを含有率によつてプロットしたものである。

図 2 から標準試料の製造国によつて、いおう標準値には明らかに偏りがあり、NBS、JSS、BAS の順に高値を表示している傾向がある。またいおう燃焼容量法での回収率〔(実測値/標準値)×100〕は含有率によつて差があることがわかる。

これらの問題については国際標準化機構 (ISO)²⁾ や日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会、化学分析分科会第 2 次いおう分析小委員会 (津金小委員長) で鋭意検討中である。

1) 池野, 大槻: “鉄と鋼” 60 (1974) No. 13, p. 1768 「鉄鋼標準試料委員会報告」

2) TC 17 (鋼) SC 1 (化学分析) に日本は、F メンバーとして参加している。日本国内での検討機関としては、日本鉄鋼協会標準化委員会鉄鋼部会 SC 1 分科会 (川村和郎主査) が当たっている。

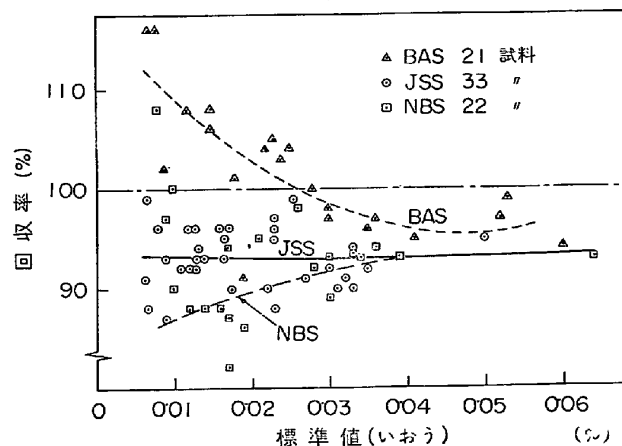


図 2 各国標準試料のいおう標準値と回収率の関係